Original document

PHOTOCURABLE RESIN COMPOSITION

Patent number:

JP2000063446

Also published a:

Publication date:

2000-02-29

図 WO0009620

Inventor:

TAKAHASHI TOSHIHIKO; TAKEHATA YUICHI;

TAKASE HIDEAKI; UKAJI TAKASHI

Applicant:

JSR CORP; NIPPON TOKUSHU COATING KK

Classification:

- international:

C08F290/14; C08G18/67; C08G18/75; G11B7/257;

C08F290/00; C08G18/00; G11B7/24; (IPC1-7): C08F290/06; C08F2/48; C09J4/00; G11B7/24

- european:

Application number: JP19980230469 19980817 Priority number(s): JP19980230469 19980817

View INPADOC patent family

Report a data error

Abstract of JP2000063446

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a photocurable resin composition useful as an adhesive for information recording disk excellent in humidity resistance and heat resistance. SOLUTION: The objective composition comprises (A) a urethan(meth)acrylate obtained by reacting a polyol composa polyisocyanate compound and a hydroxyl group-containing (meth)acrylate compound, (B) a (metacrylate compound containing at least one (meth)acryloyl group per molecule and (C) a photopolymerization initiator and contains not more than 0.001 wt.% of chlorine as an impurity in composition. An information recording disk is obtained by adhesion by means of the composition.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Description of corresponding document: WO0009620

PHOTOCURABLE RESIN COMPOSITION WITH A LOW CHLORINE CONTENT

Field of the Invention

The present invention relates to photocurable resin compositions having a low chlorine content. In particular, the present invention relates to a photocurable resin compositions suitable for use with information disks, including in particular, disks having multiple elements comprising information (o ability to receive and retain information), preferably, this will include optical disks(i. e., those where information, preferably digital information, is recorded and/or retrieved using optics) for example, d video disks or digital versatile disks, commonly referred to as aDVD's.

Background of the Invention

Recent progress of information technologies including computer devices, computer software, and communication technologies has allowed a high speed conveyance of mass information. Along with

advancement, recording media which can record much more information at high density have been can the development of such recording media is ongoing. An example of such high-density recordin media is a DVD which has been developed as a recording media for wide use in the next generation. DVD differs from conventional CDs (compact disks) in that the DVD is manufactured by adhering t sheets of disks.

Therefore, an adhesive for adhering the two sheets of disks is required and use of hot-melt, heat-cura anaerobic curable, or similar adhesives has been attempted.

However, hot-melt adhesives have insufficient heat stability and weatherability. Because these adhes soften at a high temperature, the decreased adhesive strength causes the adhered disks to be separate deformed. In addition, since transparency of the adhesive is insufficient, it is difficult to use these adhesives for the DVD comprising two recording films of which one is translucent.

A problem with heat-curable adhesives is that heat during curing causes the substrate for forming a c deform and the curing time is long.

On the other hand, anaerobic curable adhesives require a certain period of time for curing, thereby resulting in reduced productivity.

Photocurable adhesives have been proposed to solve these problems. For example, UV curable adhe comprising a urethane acrylate as a major component have been disclosed in Japanese Patent Applications Laid-open No. 142545/1986 and No.

89462/1994. However, optical disks manufactured using these conventional photocurable adhesives exhibit only insufficient moisture resistance and heat resistance.

Information recorded in such disks may be lost over time under high temperature and high humidity conditions.

Summary of the Invention

The present invention provides a photocurable resin composition useful as an adhesive for fabricatin information disks exhibiting superior heat resistance and moisture resistance.

The present inventors have undertaken extensive studies and found that a photocurable resin compose with a reduced chlorine content, when used as an adhesive for information disks, induces almost no deterioration of metallic films on substrate surfaces for optical disks and can produce information recording disks with excellent moisture resistance and heat resistance.

Specifically, an object of the present invention is to provide a photocurable resin composition compraint (A) an urethane (meth) acrylate, (B) a (meth) acrylate compound having at least one (meth) acryloyl g the molecule, and (C) a photoinitiator, wherein the content of chlorine in the composition is not more than 0.001 wt%.

Another object of the present invention is to provide a process for preparing the photocurable resin composition according to claim 1, comprising a step of washing the components (A),(B), and (C) eit prior, during or after blending two or more of the components (A),(B), and (C).

Still another object of the present invention is to provide an information disk comprising two elements adhered to each other using the above photocurable resin composition.

Preferred Embodiments of the Invention

Theurethane (meth) acrylate used as the component (A) is obtained by reacting a polyol compound, polyisocyanate compound, and a hydroxyl group-containing(meth) acrylate.

As the polyol compound used in the present invention, a polyether polyol, polyester polyol, polycart polyol, polycaprolactone polyol, aliphatic hydrocarbon containing two or more hydroxyl groups in the molecule, alicyclic hydrocarbon containing two or more hydroxyl groups in the molecule, unsaturate hydrocarbon containing two or more hydroxyl groups in the molecule, and the like can be given.

These polyol compounds may be used either independently or in combinations of two or more.

The above polyether polyol includes aliphatic polyether polyols, alicyclic polyether polyols, and aro polyether polyols.

Examples of the aliphatic polyether polyols include polyhydric alcohols such as polyethylene glycol polypropylene glycol, polytetramethylene glycol, polyhexamethylene oxide addition polyols such as ethylene oxide addition triol of trimethylolpropane, and alkylene oxide addition trimethylolpropane, ethylene oxide addition triol of trimethylolpropane, ethylene oxide addition tetraol of pentaerythritol, and ethylene oxide addition hexaol of dipentaerythritol; polyols produced by ring-opening polymerization of two or more ionic polymerizable cyclic componand the like.

Given as examples of the ionic polymerizable cyclic compounds are cyclic ethers such as ethylene o propylene oxide, butene-1-oxide, isobutene oxide, 3, 3-bischloromethyl oxetane, tetrahydrofuran, 2-methyltetrahydrofuran, dioxane, trioxane, tetraoxane, cyclohexene oxide, styrene oxide, epichlorohy glycidyl ether, allyl glycidyl carbonate, butadiene monoxide, isoprene monoxide vinyloxetane, vinyltetrahydrofuran, vinylcyclohexene oxide, phenyl glycidyl ether, butyl glycidyl et and glycidyl benzoate.

Examples of specific combinations of two or more of the above ionic polymerizable cyclic compoun include combinations of tetrahydrofuran and ethylene oxide, tetrahydrofuran and propylene oxide, tetrahydrofuran and 2-methyltetrahydrofuran, tetrahydrofuran and 3-methyltetrahydrofuran, ethylene and propylene oxide,butene-1-oxide and ethylene oxide, and tetrahydrofuran,butene-1-oxide, and eth oxide.

A polyether polyol produced byring-opening polymerization of one of the above ionic polymerizable cyclic compounds and cyclic imines such asethyleneimine, cyclic lactic acids such as p- propyolacto glycolic acid, or dimethylcyclopolysiloxane can also be used.

Examples of the alicyclic polyether polyols include alkylene oxide addition diol of hydrogenated bis A, alkylene oxide addition diol of hydrogenated bisphenol F, and alkylene oxide addition diol of 1, 4 cyclohexanediol.

Examples of the aromatic polyether polyols include alkylene oxide addition diol of bisphenol A, alkowide addition diol of bisphenol F, alkylene oxide addition diol of hydroquinone, alkylene oxide addition diol of anthrahydroquinone.

Polyether polyols are commercially available under the following trade names: examples of aliphati polyether polyols include PTMG650, PTMG1000,

PTMG2000 (manufactured by Mitsubishi Chemical Corp.),

PPG1000, EXCENOL1020, EXCENOL2020, EXCENOL3020,

EXCENOL4020 (manufactured by Asahi Glass Co., Ltd.), PEG1000, Unisafe DC1100, Unisafe DC1800, Unisafe

DCB1100, Unisafe DCB1800 (manufactured by Nippon Oil and Fats Co., Ltd.), PPTG1000, PPTG PPTG4000,

PTG400, PTG650, PTG2000, PTG3000, PTGL1000, PTGL2000 (manufactured by Hodogaya Chen Co., Ltd.), Z-30014, Z-3001-5, PBG2000, PBG2000B (manufactured by Daiichi

Kogyo Seiyaku Co., Ltd.), TMP30, PNT4 Glycol, EDA P4,

EDAP8 (manufactured by Nippon Nyukazai Co., Ltd.), and Quadrol (manufactured by Asahi Denka KogyoK. K.); and examples of aromatic polyether polyols include Uniol DA400, DA700, DA1000, and DB400 (manufactured by Nippon Oil and Fats Co., Ltd.).

The above-mentioned polyester polyol can be obtained by reacting a polyhydric alcohol with a polyl acid. Examples of a polyhydric alcohol include ethylene glycol, polyethylene glycol, propylene glyc polypropylene glycol, tetramethylene glycol, polytetramethylene glycol, 4-butanediol, 1, 5-pentanol, 6-hexane diol, 1, 7-heptanediol, 1, 8-octanediol, neopentyl glycol, 1, 4-cyclohexanediol, 1, 4-cyclohexanediol, 1, 2-bis(hydroxyethyl)cyclohexane, 2,2-diethyl-1,3propanediol, 3-methyl-1,5-pentanedion nonanediol,2-methyl-1, 8-octanediol, glycerol, trimethylolpropane, ethylene oxide addition compount trimethylolpropane, propylene oxide addition compound of trimethylolpropane, ethylene oxide and propylene oxide addition compound of trimethylolpropane, sorbitol, pentaerythritol, dipentaerythrito alkylene oxide addition polyols. As examples of polybasic acids, phthalic acid, isophthalic acid, terephthalic acid, maleic acid, fumaric acid, adipic acid, sebacic acid, and the like can be given. As commercially available products of these polyester polyols, Kurapol P1010,

Kurapol P2010, PMIPA, PKA-A, PKA-A2, PNA-2000 (manufactured by Kuraray Co., Ltd.), Tone 0200,

Tonepolyol 0221, Tonepolyol 0301, Tonepolyol 0310,

Tonepolyol 2201, Tonepolyol 2221 (manufactured by Union

Carbide Corp.), and the like can be used.

m is an integer from 1 to 30.

Moreover, as examples of the above polycarbonate polyols, polycarbonate diols shown by the formu are given: EMI8.1

wherein R1 represents an alkylene group having 2-20 carbon atoms, a residual group of (poly) ethylenglycol, a residual group of (poly) propylene glycol, or a residual group of (poly) tetramethylene glycol

Given as specific examples of are residual groups of 1, 4-butanediol, 1, 5-pentanediol, neopentyl gl 6-hexanediol, 1, 4- cyclohexanedimethanol, 1, 7-heptanediol, 1, 8-octanediol, 1, 9-nonanediol, ethyle glycol, diethylene glycol, triethylene glycol, tetraethylene glycol, propylene glycol, dipropylene glycol, tetrapropylene glycol, and the like.

These polycarbonate polyols are commercially available under the trade names, for example, DN-98 981, DN-982, DN-983 (manufactured by Nippon Polyurethane Industry Co., Ltd.), PC-8000 (manufactured by PPG), PNOC1000, PNOC2000, PMC100, PMC2000 (manufactured by Kuraray Co., Ltd.), PLACCEL CD-205, CD-208, CD-210, CD-220, CD-205PL, CD-208PL, CD210PL, CD-220PL, CD-205HL, CI 208HL, CD-210HL, CD220HL, CD-210T, CD-221T (manufactured by Daicel Chemical Industries, Ltd.), and the like.

Examples of the above-mentioned polycaprolactone polyol include polycaprolactone diols obtained addition reaction of s-caprolactone to a diol such as ethylene glycol, polyethylene glycol, propylene polypropylene glycol, tetramethylene glycol, polytetramethylene glycol,1, 2-polybutylene glycol,1, hexanediol, neopentyl glycol,1, 4- cyclohexanedimethanol, and 1, 4-butanediol. These are commerciavailable under the trade names, for example, PLACCEL 205,205AL, 212,212AL, 220,220AL (manufactured by Daicel Chemical Industries, Ltd.) and the like.

Examples of the above aliphatic hydrocarbon containing two or more hydroxyl groups in the moleculinclude ethylene glycol, propylene glycol, tetramethylene glycol,1, 4-butanediol, 1, 5-pentanediol, 1 hexanediol, 1, 7-heptanediol, 1, 8-octanediol, 1, 9- nonanediol, neopentyl glycol,2, 2-diethyl-1, 3-propanediol,3-methyl-1, 5-pentanediol, 2-methyl-1, 8- octanediol, hydrogenated polybutadiene with

terminal hydroxyl groups, glycerol, trimethylolpropane, pentaerythritol, and sorbitol.

Examples of the above alicyclic hydrocarbon having two or more hydroxyl groups in the molecule include1, 4-cyclohexanediol, 1, 4-cyclohexanedimethanol, 1,2-bis(hydroxyethyl)cyclohexane, dimet compounds of dicyclopentadiene, and tricyclodecanedimethanol.

As examples of the above unsaturated hydrocarbon containing two or more hydroxyl groups in the molecule, a polybutadiene with terminal hydroxyl groups, a polyisoprene with terminal hydroxyl groups and the like can be given.

Furthermore, examples of polyols other than the above-mentioned polyol compounds include P-metl valerolactone diol, castor oil-modified diol, a polydimethylsiloxane with diols at the terminals, and a polydimethylsiloxane carbitol-modified diol.

The number average molecular weight of these polyol compounds is preferably from 50 to 15000, as more preferably from 100 to 8000.

As the polyisocyanate compound, diisocyanate compounds are preferable. Examples of diisocyanate compounds include2, 4-tolylene diisocyanate,2, 6-tolylene diisocyanate, 1, 3-xylylene diisocyanate, xylylene diisocyanate, 5- naphthalene diisocyanate, m-phenylene diisocyanate, pphenylene diisocyanate,3, 3'-dimethyl-4, 4'- diphenylmethane diisocyanate,4, 4'-diphenylmethane diisocyanate, dimethylphenylene diisocyanate,4, 4'-biphenylene diisocyanate,1, 6-hexane diisocyanate, isophoroni diisocyanate,2, 2, 4-trimethylhexamethylene diisocyanate,bis (2-isocyanate ethyl) fumarate, isopropy phenyl diisocyanate, 4-diphenylpropane diisocyanate, lysine diisocyanate, hydrogenated diphenylme diisocyanate, hydrogenated xylylene diisocyanate, and tetramethylxylylene diisocyanate.

Among these,2, 4-tolylene diisocyanate,2, 6-tolylene diisocyanate, hydrogenated xylylene diisocyanate, isophorone diisocyanate, hydrogenated diphenylmethane diisocyanate, and the like are preferable. The diisocyanate compounds may be used either singly or in combinations of two or more.

```
<tb> 12345. <SEP> 1234 <SEP>
<tb> A1 <SEP> 40 <SEP> 40
<tb> A2 <SEP> 40 <SEP>
<tb> <SEP>
<tb> A3 <SEP> 50 <SEP> 50 <SEP>
<tb> A4 <SEP> 50 <SEP> 50 <SEP> 50 <SEP> 50
<tb> B1 <SEP> 15 <SEP> 15 <SEP> 15 <SEP>
<tb> B2 <SEP> 30 <SEP> 30 <SEP> 30
 <tb> B3 <SEP> 10 <SEP> 10 <SEP> 10
 <tb> B41515 <SEP> 15 <SEP> 15 <SEP> 15 <SEP> 15
 <tb> B510 <SEP> 10 <S
 <tb> B620 <SEP> 20 <S
  <tb> C1 <SEP> 3 <SEP> 3 <SEP> 3 <SEP>
  <tb> C22 <SEP> 2 <SEP> 2 <SEP>
  <tb> C3333333
  <tb> C4 <SEP> 2 <SEP> 3 <SEP> 2 <SEP> 3 <SEP> 4 <SEP> 5 <SEP> 5 <SEP> 6 <SEP> 6 <SEP> 6 <SEP> 6 <SEP> 7 <SEP> 7 <SEP> 8 <SEP> 8 <SEP> 9 <SEP> 
  <tb> D1 <SEP> (10-4) <SEP> 5 <SEP> 10 <SEP> 15 <SEP>
  <tb> <SEP>
  <tb>
```

EMI38.1

```
Example <SEP> Comparative <SEP> Example
<tb> <SEP> 1 <SEP> 2 <SEP> 3 <SEP> 4 <SEP> 5 <SEP> 1 <SEP> 2 <SEP> 3 <SEP> 4 <SEP>
<tb> Column <SEP> Treated <SEP> None <SEP> N
 <SEP> None <SEP> None <SEP> None
  <tb> <SEP> treatment
 <tb> Viscosity400400150015001500400150015001500
 <tb> <SEP> (mPa. <SEP> s) <SEP>
<tb> Chlorine <SEP> 0.6 <SEP> 1.3 <SEP> 0.7 <SEP> 5.4 <SEP> 9.1 <SEP> 12.6 <SEP> 20.4 <S
 11.8 <SEP> 14.2 <SEP>
  <tb> content
  <tb> <SEP> (10"wt%) <SEP>
 <tb> Refractive <SEP> 1.51 <SEP> 1.51 <SEP> 1.52 <SEP> 1.52 <SEP> 1.52 <SEP> 1.51 <SEP>
  <SEP> 1.52 <SEP> 1.52 <SEP>
  <tb> index
  <tb> <SEP> (nD25) <SEP>
  <tb>Tg <SEP> (C) <SEP> 45 <SEP> 45 <SEP> 63 <SEP
  63 <SEP> 63 <SEP>
   <tb> Moisture00000XXXX <SEP>
   <tb> and <SEP> heat
   <tb> resistance <SEP>
   <tb>
   The viscosity of the resin compositions of
```

Examples and Comparative Example, all comprising the components (A), (B), and (C) of the present invention, at 25 C was between 400 and 1500mP s. The glass transition temperature and refractive in 25 C of the cured products obtained from these composition by irradiation of ultraviolet radiation wa respectively from 45 to 63 C and from 1. 51 to 1. 52, indicating that all compositions satisfy the stand required for the adhesive used for preparing information record disks.

However, in the evaluation of the moisture and resistance indicating corrosivity of aluminum in the fabricated by adhering two sheet of substrates, the compositions of the Examples with a chlorine cor less than 0.001 wt% exhibited no corrosion, whereas the disks fabricated using the compositions of t Comparative Examples containing more than 0.001 wt% of chlorine produced corrosion, failing to p through the corrosion test.

The photocurable resin composition of the present invention comprises specific components and has chlorine content of not more than 0.001 wt%. Optical disks fabricated by using the photocurable resi composition of the present invention as an adhesive exhibit superior heat resistance and moisture resistance.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Claims of corresponding document: WO0009620

1. A photocurable resin composition, comprising: (A) an urethane(meth) acrylate compound, (B) a(meth) acrylate compound having at least one (meth) acryloyl group in the molecule, and (C) a photo-initiator, wherein the content of chlorine relative to the total composition is not more than 0.001 wt%.

- 2. A process for preparing the photocurable resin composition according to claim 1, comprising: washing components (A), (B), and/or (C).
- 3. The process according to claim 2, wherein the washing includes contacting one or more of the components with purified water.
- 4. The process according to any one of claim 2-3, wherein the washing includes treating one or more of the components with an ion exchangeable substance.
- 5. An information disk comprising two elements affixed to each other with the photocurable resin composition according to claim 1.
- 6. The information disk according to claim 5 wherein at least one of the elements comprises information.
- 7. The information disk according to any one of claims 5-6, wherein the information disk comprises a mutli-layer structure.
- 8. The information disk according to any one of claims 5-7, wherein the information disk comprises a plurality of layers comprising information.
- 9. The information disk according to any one of claims 5-8, wherein the information disk is a digital optical disk.
- 10. The information disk according to any one of claims 5-9, wherein the information disk is a DVD.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-63446 (P2000-63446A)

(43)公開日 平成12年2月29日(2000.2.29)

(51) Int.Cl. ⁷ C 0 8 F 290/06	識別記号	FI C08F 290/06	テーマコード(参考) 4J011 4J027		
2/48 C 0 9 J 4/00 G 1 1 B 7/24	5 4 1	2/48 C09J 4/00 G11B 7/24 審查請求 未請求 請	4J040 4J040 541K 5D029 請求項の数3 OL (全13頁)		
(21)出願番号	特顏平10-230469	(71)出願人 000004178			
(22)出顯日	平成10年8月17日(1998.8.17)	東京都中央区築地2丁目11番24号 (71)出願人 592109732 日本特殊コーティング株式会社 東京都中央区築地2丁目11番24号			
	·	(72)発明者 高橋 俊i 東京都中			
		(74)代理人 10006870			
			最終頁に続く		

(54) 【発明の名称】 光硬化型樹脂組成物

(57)【要約】

【課題】 耐湿・耐熱性に優れた情報記録ディスク用接着剤として有用な光硬化型樹脂組成物の提供。

【解決手段】 (A) ポリオール化合物、ポリイソシアネート化合物および水酸基含有(メタ)アクリレート化合物を反応させて得られるウレタン(メタ)アクリレート、(B) 一分子中に(メタ)アクリロイル基を少なくとも一個有する(メタ)アクリレート化合物、ならびに(C)光重合開始剤を含有し、該組成物中の不純物としての塩素の含有量が組成物中0.001重量%以下である光硬化型樹脂組成物;その製法および組成物で接着して得られる情報記録用ディスク。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の成分(A)、(B) および(C); (A) ポリオール化合物、ポリイソシアネート化合物および水酸基含有(メタ)アクリレート化合物を反応させて得られるウレタン(メタ)アクリレート、(B) 一分子中に(メタ)アクリロイル基を少なくとも一個有する(メタ)アクリレート化合物、ならびに(C)光重合開始剤を含有し、該組成物中の塩素の含有量が組成物中0.001重量%以下であることを特徴とする光硬化型樹脂組成物。

【請求項2】 成分(A)、(B)および(C)から選ばれる各成分の混合前またはその2種以上の混合後に、純水洗浄または/およびイオン交換性物質処理することを特徴とする請求項1記載の光硬化型樹脂組成物の製造法。

【請求項3】 請求項1記載の光硬化型樹脂組成物を用いて2枚の基板を貼り合わせてなる情報記録用ディスク。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、光硬化型樹脂組成物に関し、特にDVD (デジタルビデオディスクまたはデジタルバーサタイルディスク)などの情報記録ディスク製造用の光硬化型樹脂組成物に関する。

[0002]

【従来の技術】近年、コンピューター装置技術、コンピューターソフトウエア技術、通信技術等をはじめとする情報技術の発展により、より多くの情報を高速に伝達することが可能となってきている。これに伴いより多くの情報を高密度に記録することができる記録媒体が望まれ開発が進められつつある。このような高密度記録媒体としてDVDが次世代の汎用の記録媒体として開発されている。DVDは従来のCD(コンパクトディスク)と異なり、2枚のディスクを貼り合わせて製造されるために貼り合わせのための接着剤が必要となり、ホットメルト接着剤、熱硬化型接着剤、嫌気硬化型接着剤等を用いる試みがなされている。

【0003】しかし、ホットメルト接着剤は熱安定性や耐候性が十分ではなく、高温環境下で軟化するため接着強度が低下して、貼り合わせたディスクが剥がれたり変形したりする問題がある。また、透明性が高くないため記録膜として半透過膜を有する二層構造のDVDでは使用が困難である。

【0004】熱硬化型接着剤では硬化するときの熱によりディスクを構成する基材が変形したり、硬化に要する時間が長い等の問題がある。嫌気型接着剤も硬化に時間がかかるため生産性が低いという問題がある。

【0005】このような問題を解決する方法として光硬 化型の接着剤が提案されている。例えば、特開昭61-142545号公報および特開平6-89462号公報 にはウレタンアクリレートを主成分とする紫外線硬化型 樹脂接着剤が開示されている。しかし、従来の光硬化型 接着剤を用いた光ディスクは耐湿・耐熱性が不十分であ るため、高温高湿環境下においてディスクに記録されて いる情報が時間の経過とともに失われていくという問題 点があった。

[0006]

【発明が解決しようとする課題】本発明が解決しようとする課題は、優れた耐熱性と耐湿性を有する情報記録ディスク製造用の接着剤として有用な光硬化型樹脂組成物を提供することにある。

[0007]

【課題を解決するための手段】本発明者らは鋭意検討した結果、光硬化型樹脂組成物中の塩素含有量を低下させると、本樹脂組成物を接着剤として用いた場合、光ディスク基板面の金属膜の変質が少なくなり、耐湿・耐熱性に優れた情報記録ディスクが得られることを見いだし、本発明を完成した。

【0008】すなわち、本発明は、次の成分(A)、

(B) および(C)、(A)ポリオール化合物、ポリイソシアネート化合物および水酸基含有(メタ)アクリレート化合物を反応させて得られるウレタン(メタ)アクリレート、(B)一分子中に(メタ)アクリロイル基を少なくとも一個有する(メタ)アクリレート化合物、ならびに(C)光重合開始剤を含有し、該組成物中の塩素の含有量が組成物中0.001重量%以下であることを特徴とする光硬化型樹脂組成物を提供するものである。また、本発明は、成分(A)、(B)および(C)から選ばれる各成分の混合前または、その2種以上の混合をに、純水洗浄または/およびイオン交換性物質処理することを特徴とする請求項1記載の光硬化型樹脂組成物の製造法を提供するものである。さらに、本発明は、上記の光硬化型樹脂組成物を用いて2枚の基板を貼り合わせてなる情報記録用ディスクを提供するものである。

[0009]

【発明の実施の形態】成分(A)のウレタン(メタ)アクリレートは、ポリオール化合物、ポリイソシアネート化合物ならびに水酸基含有(メタ)アクリレート化合物を反応させて得られる。

【0010】ボリオール化合物としては、ボリエーテルボリオール、ボリエステルボリオール、ボリカーボネートボリオール、ボリカプロラクトンポリオール、分子中に2個以上の水酸基を有する脂肪疾炭化水素、分子中に2個以上の水酸基を有する不飽和炭化水素、分子中に2個以上の水酸基を有する不飽和炭化水素等が用いられる。これらのボリオールは単独で用いることも、2種類以上併用することもできる。

【 0 0 1 1 】上記ポリエーテルポリオールとしては、脂肪族ポリエーテルポリオール、脂環式ポリエーテルポリオール、を挙げること

ができる。

【0012】ここで、脂肪族ポリエーテルポリオールと しては、例えばポリエチレングリコール、ポリプロピレ ングリコール、ポリテトラメチレングリコール、ポリヘ キサメチレルグリコール、ポリヘプタメチレングリコー ル、ポリデカメチレングリコール、ペンタエリスリトー ル、ジペンタエリスリトール、トリメチロールプロパ ン、およびトリメチロールプロパンのエチレンオキサイ ド付加トリオール、トリメチロールプロパンのプロピレ ンオキサイド付加トリオール、トリメチロールプロパン のエチレンオキサイドとプロピレンオキサイド付加トリ オール、ペンタエリスリトールのエチレンオキサイド付 加テトラオール、ジペンタエリスリトールのエチレンオ キサイド付加ヘキサオール等のアルキレンオキサイド付 加ポリオール等の多価アルコール、あるいは2種類以上 のイオン重合性環状化合物を開環重合させて得られるポ リエーテルポリオール等が挙げられる。

【0013】なお、イオン重合性環状化合物としては、例えばエチレンオキシド、プロピレンオキシド、ブテンー1ーオキシド、イソブテンオキシド、3,3ービスクロロメチルオキセタン、テトラヒドロフラン、2ーメチルテトラヒドロフラン、ジオキサン、トリオキサン、テトラオキサン、シクロヘキセンオキシド、スチレンオキシド、エピクロルヒドリン、グリシジルエーテル、アリルグリシジルエーテル、アリルグリシジルエーテル、アリルグリシジルカーボネート、ブタジエンモノオキシド、イソプレンモノオキシド、ビニルオキセタン、ビニルテトラヒドロフラン、ビニルシクロヘキセンオキシド、フェニルグリシジルエーテル、ブチルグリシジルエーテル、安息香酸グリシジルエステル等の環状エーテル類が挙げられる。

【0014】上記二種類以上のイオン重合性環状化合物の具体的な組み合わせとしては、テトラヒドロフランとエチレンオキシド、テトラヒドロフランとプロピレンオキシド、テトラヒドロフランと2ーメチルテトラヒドロフラン、テトラヒドロフランと3ーメチルテトラヒドロフラン、エチレンオキシドとプロピレンオキシド、ブテンー1ーオキシドとエチレンオキシド、テトラヒドロフランとブテンー1ーオキシドとエチレンオキシド等を挙げることができる。

【0015】また、上記イオン重合性環状化合物と、エチレンイミン等の環状イミン類、β-プロピオラクトン、グリコール酸ラクチド等の環状ラクトン酸、あるいはジメチルシクロポリシロキサン類とを開環共重合させたポリエーテルポリオールを使用することもできる。

【〇〇16】脂環式ポリエーテルポリオールとしては、例えば水添ビスフェノールAのアルキレンオキシド付加ジオール、水添ビスフェノールFのアルキレンオキシド付加ジオール、1,4-シクロヘキサンジオールのアルキレンオキシド付加ジオール等が挙げられる。

【0017】芳香族ポリエーテルポリオールとしては、

例えばビスフェノールAのアルキレンオキシド付加ジオール、ビスフェノールFのアルキレンオキシド付加ジオール、ハイドロキノンのアルキレンオキシド付加ジオール、ナフトハイドロキノンのアルキレンオキシド付加ジオール、アントラハイドロキノンのアルキレンオキシド付加ジオール等が挙げられる。

【0018】上記ポリエーテルポリオールの市販品とし ては、例えば脂肪族ポリエーテルポリオールとしては、 PTMG650, PTMG1000, PTMG2000 (以上、三菱化学 (株) 製)、PPG1000、 EX ENOL1020 EXENOL2020 EXENO L3020、 EXENOL4020 (以上、旭硝子 (株) 製)、PEG1000、ユニセーフ DC110 0、ユニセーフDC1800、ユニセーフDCB110 O、ユニセーフDCB1800(以上、日本油脂 (株))、PPTG1000、PPTG2000、PP TG4000、PTG400、PTG650、PTG2 000、PTG3000、PTGL1000、PTGL 2000 (以上、保土谷化学 (株) 製)、Z-3001 -4、Z-3001-5、PBG2000、PBG20 00B(以上、第一工業製薬(株)製)、TMP30、 PNT4グリコール、EDA P4、EDA P8(以 上、日本乳化剤(株)製)、クオドロール(旭電化 (株) 製) が挙げられる。 芳香族ポリエーテルポリオー ルとしてはユニオールDA400、DA700、DA1 000、DB400 (以上、日本油脂 (株) 製) 等を挙 げることができる。

【0019】また、前記ポリエステルポリオールは、多 価アルコールと多塩基酸とを反応させて得られる。ここ で、多価アルコールとしては、エチレングリコール、ポ リエチレングリコール、プロピレングリコール、ポリプ ロピレングリコール、テトラメチレングリコール、ポリ テトラメチレングリコール、1 , 4 – ブタンジオール、 1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオー ル、1,7-ヘプタンジオール、1,8-オクタンジオ ール、ネオペンチルグリコール、1,4-シクロヘキサ ンジオール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、 1,2-ビス(ヒドロキシエチル)シクロヘキサン、 2,2-ジエチル-1,3-プロパンジオール、3-メ チルー1,5-ペンタンジオール、1,9-ノナンジオ ール、2-メチル-1,8-オクタンジオール、グリセ リン、トリメチロールプロパン、トリメチロールプロパ ンのエチレンオキシド付加体、トリメチロールプロパン のプロピレンオキシド付加体、トリメチロールプロパン のエチレンオキシドとプロピレンオキシドの付加体、ソ ルビトール、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリ トール、アルキレンオキシド付加ポリオール等が挙げら れる。また、多塩基酸としては、例えばフタル酸、イソ フタル酸、テレフタル酸、マレイン酸、フマル酸、アジ ピン酸、セバシン酸、等を挙げることができる。これら のポリエステルポリオールの市販品としては、クラポールP1010、クラポールP2010、PMIPA、PKA-A、PKA-A2、PNA-2000(以上、(株) クラレ製、)トーンポリオール0200、トーン

(株) クラレ製、) トーンボリオール0 2 0 0、トーンポリオール0 2 2 1、トーンポリオール0 3 1 0、トーンポリオール2 2 2 1(以上、ユニオンカーバイド社製)〕 等を使用することができる。

【0020】また、上記ポリカーボネートポリオールとしては、例えば式(1)で示されるポリカーボネートジオールが挙げられる。

[0021]

【化1】

 $HO - (R^1 - OCOO)_m - R^1 - OH$ (1)

【0022】(式中、R1 は炭素数2~20のアルキレン基、(ポリ)エチレングリコール残基、(ポリ)アロピレングリコール残基、(ポリ)テトラメチレングリコール残基を示し、mは1~30の整数である)が挙げられる。R1 の具体例としては、1,4ーブタンジオール、1,5ーペンタンジオール、1,4ーシクロヘキサンジメタノール、1,7ーペプタンジオール、1,8ーオクタンジオール、1,9ーノナンジオール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、アトラエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、デトラプロピレングリコール等の残基が挙げられる。

【0023】該ポリカーボネートポリオールとしては、市販品として、DN-980、DN-981、DN-982、DN-983(以上、日本ポリウレタン工業(株)製)、PC-8000(PPG社製)、PNOC1000、PNOC2000、PMC100、PMC2000(以上、(株)クラレ製)、プラクセルCD-205、CD-208、CD-210、CD-220、CD-205PL、CD-208PL、CD-210PL、CD-220PL、CD-220HL、CD-210T、CD-221T(以上、ダイセル化学工業(株)製)等を使用することができる。

【0024】上記ポリカプロラクトンポリオールとしては、 ε ーカプロラクトンを例えば、エチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、テトラメチレングリコール、ポリテトラメチレングリコール、1, 2-ポリブチレングリコール、1, 6-ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、1, 4-シクロヘキサンジメタノー

ル、1, 4 - ブタンジオール等のジオールに付加反応させて得られるポリカプロラクトンジオールが挙げられる。これらの市販品としては、プラクセル 205, 205AL、212、212AL、220、220AL (以上、ダイセル化学工業 (株) 製)等を使用することができる。

【0025】分子中に2個以上の水酸基を有する脂肪族 炭化水素としては、エチレングリコール、プロピレング リコール、テトラメチレングリコール、1,4ーブタン ジオール、1,5ーペンタンジオール、1,6ーヘキサ ンジオール、1,7ーヘプタンジオール、1,8ーオク タンジオール、1,9ーノナンジオール、ネオペンチル グリコール、2,2ージエチルー1,3ープロパンジオ ール、3ーメチルー1,5ーペンタンジオール、2ーメ チルー1,8ーオクタンジオール、ヒドロキシ末端水添 ポリブタジエン、グリセリン、トリメチロールプロパ ン、ペンタエリスリトール、ソルビトール等が挙げられ

【0026】分子中に2個以上の水酸基を有する脂環式 炭化水素としては、例えば1,4-シクロヘキサンジオ ール、,4-シクロヘキサンジメタノール、1,2-ビ ス(ヒドロキシエチル)シクロヘキサン、ジシクロペン タジエンのジメチロール化合物、トリシクロデカンジメ タノール等が挙げられる。

【0027】分子中に2個以上の水酸基を有する不飽和 炭化水素としては、例えばヒドロキシ末端ポリブタジエ ン、ヒドロキシ末端ポリイソプレン等が挙げられる。

【0028】さらにまた、上記以外のポリオールとしては、例えばβーメチルーδーバレロラクトンジオール、ひまし油変性ジオール、ポリジメチルシロキサンの末端ジオール化合物、ポリジメチルシロキサンカルビトール変性ジオール等が挙げられる。

【0029】これらのポリオール化合物の好ましい数平均分子量は $50\sim15000$ 、特に好ましくは $100\sim8000$ である。

【0030】また、前記ポリイソシアネート化合物としては、例えば2、4ートリレンジイソシアネート、2、6ートリレンジイソシアネート、1、3ーキシリレンジイソシアネート、1、4ーキシリレンジイソシアネート、mーフェニレンジイソシアネート、pーフェニレンジイソシアネート、pーフェニレンジイソシアネート、3、3 ージメチルー4、4 ージフェニルメタンジイソシアネート、4、4 ージフェニルメタンジイソシアネート、3、3 ージメチルフェニレンジイソシアネート、1、6ーヘキサンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、2、2、4ートリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、ビス(2ーイソシアネートエチル)フマレート、6ーイソプロピルー1、3ーフェニルジイソシアネート、4ージフェニルプロパンジイソシアネー

ト、リジンジイソシアネート、水添ジフェニルメタンジイソシアネート、水添キシリレンジイソシアネート、テトラメチルキシリレンジイソシアネート等が挙げられる。これらのうち、特に2、4ートリレンジイソシアネート、2、6ートリレンジイソシアネート、水添ギシリレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、水添ジフェニルメタンジイソシアネート等が好ましい。これらのジイソシアネートは単独または2種類以上を組み合わせて用いることができる。

【0031】水酸基含有 (メタ) アクリレートとして は、例えば2-ヒドロキシエチル (メタ) アクリレー ト、2-ヒドロキシプロピル (メタ) アクリレート、2 ーヒドロキシブチル (メタ) アクリレート、2ーヒドロ キシー3-フェニルオキシプロピル (メタ) アクリレー ト、1,4-ブタンジオールモノ(メタ)アクリレー ト、2-ヒドロキシアルキル (メタ) アクリロイルホス フェート、4-ヒドロキシシクロヘキシル (メタ) アク リレート、1,6-ヘキサンジオールモノ (メタ) アク リレート、ネオペンチルグリコールモノ (メタ) アクリ レート、トリメチロールプロパンジ (メタ) アクリレー ト、、トリメチロールエタンジ (メタ) アクリレート、 ペンタエリスリトールトリ (メタ) アクリレート、ジペ ンタエリスリトールペンタ (メタ) アクリレート、ある いは下記構造式(2)で表される(メタ)アクリレート 等が挙げられ、

【0032】 【化2】

【0033】〔式中、R² は水素原子またはメチル基を示し、mは1~15、好ましくは1~4の整数を示す〕、さらにアルキルグリシジルエーテル、アリルグリシジルエーテル、グリシジルと含有化合物と(メタ)アクリレート等のグリシジル基含有化合物と(メタ)アクリル酸との付加反応により得られる化合物も挙げることができる。これらのうち、特に2ーヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2ーヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、2ーヒドロキシブチル(メタ)アクリレート等が好ましい。

【0034】ウレタン(メタ)アクリレートの合成方法は特に制限されないが、例えば次の(i)~(iii)の方法に従って行われる。

【0035】(i)(b)ポリイソシアネートと(c) 水酸基含有(メタ)アクリレートを反応させ、次いで (a)ポリオールの順に反応させる方法。

【0036】(ii)(a)ポリオール、(b)ポリイソシアネート、(c)水酸基含有(メタ)アクリレートを一括して仕込んで反応させる方法。

【0037】(iii) (a) ポリオールおよび(b) ポ

リイソシアネートを反応させ、次いで(c)水酸基含有 (メタ)アクリレートを反応させる方法。

【0038】本発明で用いるウレタン (メタ) アクリレートの合成においては通常、ナフテン酸銅、ナフテン酸コバルト、ナフテン酸亜鉛、ラウリル酸ジー n - ブチルスズ、トリエチルアミン、1,4-ジアザビシクロ〔2.2.2〕オクタン、1,4-ジアザー2-メチルビシクロ〔2.2.2〕オクタン等のウレタン化触媒を、反応物の総量100重量部に対して0.01~1重量部用いて反応を行うのが好ましい。この反応における反応温度は、通常0~90℃、好ましくは10~80℃で行う。

【0039】本発明で用いるウレタン(メタ)アクリレートの好ましい数平均分子量は、400~2000であり、特に600~10000であることが好ましい。【0040】本発明で用いる成分(A)のウレタン(メタ)アクリレートは、樹脂組成物の基材に対する密着性および粘度の点から成分(A)と成分(B)と成分(C)の合計の重量を100重量部として、5~70重量部含まれるのが好ましい。

【0041】成分(B)の一分子中に(メタ)アクリロ イル基を少なくとも一個有する (メタ) アクリレート化 合物としては、(メタ)アクリロイル基を一つだけ有す る単官能化合物と二つ以上有する多官能化合物の何れの 化合物を用いてもよく、適当な比率で併用してもよい。 【0042】上記単官能化合物としては、例えば2-ヒ ドロキシエチル (メタ) アクリレート、2ーヒドロキシ プロピル (メタ) アクリレート、2-ヒドロキシブチル (メタ) アクリレート、メチル (メタ) アクリレート、 エチル (メタ) アクリレート、プロピル (メタ) アクリ レート、イソプロピル (メタ) アクリレート、ブチル (メタ) アクリレート、アミル (メタ) アクリレート、 イソブチル (メタ) アクリレート、t-ブチル(メタ) アクリレート、ペンチル (メタ) アクリレート、イソア ミル (メタ) アクリレート、ヘキシル (メタ) アクリレ ート、ヘプチル (メタ) アクリレート、オクチル (メ タ) アクリレート、イソオクチル(メタ) アクリレー ト、2-エチルヘキシル (メタ) アクリレート、ノニル (メタ) アクリレート、デシル (メタ) アクリレート、 イソデシル (メタ) アクリレート、ウンデシル(メタ) アクリレート、ドデシル (メタ) アクリレート、ラウリ ル (メタ) アクリレート、オクタデシル (メタ) アクリ レート、ステアリル (メタ) アクリレート、テトラヒド ロフルフリル (メタ) アクリレート、ブトキシエチル (メタ) アクリレート、エトキシジエチレングリコール (メタ) アクリレート、ベンジル (メタ) アクリレー ト、シクロヘキシル (メタ) アクリレート、フェノキシ エチル (メタ) アクリレート、ポリエチレングリコール モノ (メタ) アクリレート、ポリプロピレングリコール

モノ (メタ) アクリレート、メトキシエチレングリコー

ルモノ (メタ) アクリレート、エトキシエチル (メタ) アクリレート、エトキシエトキシエチル (メタ) アクリ レート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アク リレート、メトキシポリプロピレングリコール(メタ) アクリレート、ジシクロペンタジエニル(メタ)アクリ レート、ジシクロペンタニル (メタ) アクリレート、ジ シクロペンテニル (メタ) アクリレート、トリシクロデ カニル (メタ) アクリレート、ボルニル (メタ) アクリ レート、イソボルニル (メタ) アクリレート、アダマン チル (メタ) アクリレート、ジメチルアミノエチル (メ タ) アクリレート、ジエチルアミノエチル (メタ) アク リレート、7-アミノ-3,7-ジメチルオクチル(メ タ) アクリレート、(メタ) アクリロイルモルホリン、 2-(メタ)アクリロイルオキシエチルフタル酸、2-(メタ) アクリロイルオキシエチルヘキサヒドロフタル 酸、2- (メタ) アクリロイルオキシプロピルフタル 酸、2- (メタ) アクリロイルオキシプロピルテトラヒ ドロフタル酸、2-(メタ) アクリロイルオキシプロピ ルヘキサヒドロフタル酸、2-(メタ) アクリロイルオ キシエチルコハク酸、トリフルオロエチル(メタ)アク リレート、テトラフルオロプロピル (メタ) アクリレー ト、ヘキサフルオロプロピル (メタ) アクリレート、オ クタフルオロペンチル (メタ) アクリレート、ヘプタデ カフルオロデシル (メタ) アクリレート、下記式(3) ~ (5)で表される化合物を挙げることができる。

【0043】 【化3】

$$CH_2 = C - C - C - C - (R^3O)_p - R^5$$
(3)

【0044】〔式中、 R^3 は炭素数 $2\sim6$ のアルキレン基またはヒドロキシアルキレン基を示し、 R^4 は水素原子またはメチル基を示し、 R^5 は水素原子または炭素数 $1\sim1$ 2のアルキル基を示し、pは $0\sim2$ 0の整数を示す。〕

【0045】 【化4】

$$CH_{2} = C - C - (OR^{7}C)_{q} - 0 - CH_{2} - \left\langle 0 \right\rangle$$

$$\begin{bmatrix} H & H & H \\ R^{6} & 0 & 0 \end{bmatrix}$$
(4)

【0046】〔式中、 R^6 は水素原子またはメチル基を示し、 R^7 は炭素数 $2\sim8$ のアルキレン基を示し、qは $0\sim8$ の整数を示す。〕

【0047】 【化5】

$$CH_{2} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$R^{10}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

$$CH_{3} = C - C - (OR^{9}C)_{r} - O - CH_{2} - C - CH_{2}$$

【0048】〔式中、R8 は水素原子またはメチル基を

示し、R⁹ は炭素数2~8のアルキレン基を示し、rは 0~8の整数を示し、R10およびR11は水素原子、炭素 数1~6のアルキル基を示す。〕 これらの市販品として は、アロニックス M101、M102、M110、M 111、M113、M114、M117、M120、M 152、M154、M5300、TM5400、M55 00、M5600(以上、東亞合成(株)製)、KAY ARAD TC-110S, R-128H, R629, R644(以上、日本化薬(株)製)、IPAA、AI B, SBAA, TBA, IAAA, HEXA, CHA, NOAA, IOAA, INAA, LA, TDA, MSA A, CAA, HDAA, LTA, STA, ISAA-1, ODAA, NDAA, IBXA, ADAA, TCD A、2-MTA、DMA、ビスコート #150、#1 50D、#155、#158、#160、#190、# 190D、#192、#193、#220、#320、 #2311HP、#2000、#2100、#215 0、#2180、MTG(以上、大阪有機化学工業 (株) 製)、NKエステル M-20G、M-40G、 M-90G, M-230G, CB-1, SA, S, AMP-10G, AMP-20G, AMP-60G, AMP-90G、A-SA、NLA(以上、新中村化学工業 (株) 製)、ACMO((株) 興人製)、ライトアクリ V-1 IA-A, L-A, S-A, BO-A, EC-A, MTG-A, DPM-A, PO-A, P-200 A, THF-A, IB-XA, HOA-MS, HOA-MPL, HOA-MPE, HOA-HH, IO-A, B Z-A、NP-EA、NP-10EA、HOB-A、F A-108、エポキシエステルM-600A (以上、共 栄社化学(株)製)、FA-511、FA-512A、 FA-513A(以上、日立化成工業(株)製)等が挙 げられる。

【0049】また、上記多官能化合物としては、例えば エチレングリコールジ (メタ) アクリレート、プロピレ ングリコールジ (メタ) アクリレート、1,4-ブタン ジオールジ (メタ) アクリレート、1,6-ヘキサンジ オールジ (メタ) アクリレート、1,9-ノナンジオー ルジ (メタ) アクリレート、ジエチレングリコールジ (メタ) アクリレート、トリエチレングリコールジ (メ タ) アクリレート、テトラエチレングリコールジ(メ タ) アクリレート、ポリエチレングリコールジ(メタ) アクリレート、ジプロピレングリコールジ (メタ) アク リレート、トリプロピレングリコールジ (メタ) アクリ レート、ポリプロピレングリコールジ (メタ) アクリレ ート、ネオペンチルグリコールジ (メタ) アクリレー ト、ヒドロキシピバリン酸ネオペンチルグリコールジ (メタ) アクリレート、トリメチロールプロパントリ (メタ) アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メ タ) アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ (メ タ) アクリレート、ジトリメチロールプロパンテトラ

(メタ) アクリレート、ジペンタエリスリトールペンタ (メタ) アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ (メタ) アクリレート、トリメチロールプロパントリオ キシエチル (メタ) アクリレート、トリメチロールプロ パンポリオキシエチル (メタ) アクリレート、トリメチ ロールプロパントリオキシプロピル (メタ) アクリレー ト、トリメチロールプロパンポリオキシエチル(メタ) アクリレート、トリス (2-ヒドロキシエチル) イソシ アヌレートジ (メタ) アクリレート、トリス (2-ヒド ロキシエチル) イソシアヌレートトリ (メタ) アクリレ ート、エチレンオキシド付加ビスフェノールAジ(メ タ) アクリレート、エチレンオキシド付加ビスフェノー ルFジ (メタ) アクリレート、プロピレンオキシド付加 ビスフェノールAジ (メタ) アクリレート、プロピレン オキシド付加ビスフェノールFジ(メタ)アクリレー ト、トリシクロデカンジメタノールジ (メタ) アクリレ ート、ビスフェノールAジエポキシジ(メタ)アクリレ ート、ビスフェノールFジエポキシジ (メタ) アクリレ ート等が挙げられる。

【0050】これらの市販品としては、SA-100 2 SA-2006 SA-2007 SA-410 0 SA-5001 SA-6000 SA-760 0、SA-8000、SA-9000(以上、三菱化学 (株) 製)、ビスコート #195、#195D、#2 14HP、#215、#215D、#230、#230 D、#260、#295、#295D、#300、#3 10HP, #310HG, #312, #335HP, # 335D、#360、GPT、#400、V#540、 #700、GPT(以上、大阪有機化学工業(株) 製)、KAYARADMANDA、R-526、NPG DA, PEG400DA, R-167, HX-220, HX-620, R-551, R-712, R-604, R-684, GPO-303, TMPTA, THE-3 30、TPA-320、TPA-330、PET-3 0、RP-1040、T-1420、DPHA、D-3 10, D-330, DPCA-20, DPCA-30, DPCA-60、DPCA-120(以上、日本化薬 (株) 製)、アロニックス M-210、M-208、 M-215, M-220, M-225, M-233, M -240, M-245, M-260, M-270, M-305, M-309, M-310, M-315, M-320 M-350 M-360 M-400 M-40 8、M-450(以上、東亞合成(株)製)、SR-2 12、SR-213、SR-355(以上、サートマー 社製)、SP-1506、SP-1507、SP-15 09 SP-1519-1 SP-1563 SP-2 500、VR60、VR77、VR90(以上、昭和高 分子(株)製)等が挙げられる。

【0051】上記(B)成分である(メタ)アクリレート化合物は、(A)成分と(B)成分と(C)成分の合

計重量を100重量部として、本発明の組成物中に30~90重量部配合するのが好ましい。

【OO52】成分(C)の光重合開始剤としては、公知 の光硬化性樹脂組成物に使用されるものであれば特に制 限無く使用することが可能であり、例えば、1-ヒドロ キシシクロヘキシルフェニルケトン、3-メチルアセト フェノン、2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフ ェノン、キサントン、フルオレノン、ベンズアルデヒ ド、フルオレン、アントラキノン、トリフェニルアミ ン、カルバゾール、3-メチルアセトフェノン、ベンゾ フェノン、4-クロロベンゾフェノン、4,4'ージメ トキシベンゾフェノン、4,4'ージアミノベンゾフェ ノン、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインプロピル エーテル、ミヒラーズケトン、ベンジルジメチルケター ル、1-(4-イソプロピルフェニル)-2-ヒドロキ シー2-メチルプロパン-1-オン、2-ヒドロキシー 2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン、1-(4-ドデシルフェニル) -2-ヒドロキシ-2-メチ ルプロパン-1-オン、4-(2-ヒドロキシエトキ シ) フェニルー(2-ヒドロキシー2-プロピル)ケト ン、2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル] -2-モルホリノープロパン-1-オン、2,4,6-トリメチルベンゾイルフェニルフォスフィネート、2, 4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルフォスフィン オキシド、2-ベンジルー2-ジメチルアミノー1-(4-モルホリノフェニル) -ブタン-1-オン、ビス (2,6-ジメトキシベンゾイル)-2,4,4-トリ メチルペンチルホスフィンオキシド、メチルベンゾイル ホルメート、チオキサントン、ジエチルチオキサント ン、2-イソプロピルチオキサントン、2-クロロチオ キサントン、オリゴ[2-ヒドロキシ-2-メチル-1 - [4-(1-メチルビニル)フェニル]プロパノン] 等が挙げられる。

【0053】これらの市販品としては、IRUGACU RE184、261、369、500、651、90 7, CGI-403, 819, 1700, 1800, 1 850 (以上、チバスペシャルティケミカルズ (株) 製)、Lucirin TPO、TPO-L(以上、B ASF社製)、Darocur 953、1116、1 173、1664、2273、2959、ZL1 33 31 (以上、チバスペシャルティケミカルズ (株) 製)、ユベクリルP36(UCB社製)、VICURE 55 (アクゾ社製)、ESACURE KIP100 F、KIP150 (LAMBERTI社製)、KAYA KURE ITX、QTX、DETX、BMS(以上、 日本化薬(株)製)等を挙げることができる。これらの 光重合開始剤のうち特に、IRUGACURE 184、 369, 651, 907, Darocurll73, C GI-1700、1800、1850、Lucirin TPO、TPO-Lが好ましい。

【0054】これらは、単独で用いてもまたは二種以上 組み合わせて用いてもよい。

【0055】本発明の組成物において、成分(C)の配合量は、(A)成分と(B)成分と(C)成分の合計重量を100重量部として、通常、0.1~20重量部、好ましくは0.5~15重量部、特に好ましくは1~10重量部である。

【0056】本発明の組成物には、(A)成分、(B) 成分、(C)成分、の他に(D)成分として、アクリル 基を含む化合物以外のラジカル重合性化合物を含むこと ができる。このような化合物としては、Nービニルピロ リドン、N-ビニルカプロラクタム、酢酸ビニル、プロ ピオン酸ビニル、スチレン、ジビニルベンゼン、不飽和 ポリエステル等を挙げることができる。上記不飽和ポリ エステルはラジカル重合性不飽和二重結合を有するジカ ルボン酸とアルコール類のエステルであり、ラジカル重 合性不飽和二重結合を有するジカルボン酸としては無水 マレイン酸、イタコン酸、フマル酸を挙げることがで き、アルコール類としては、メタノール、エタノール、 nープロピルアルコール、iso-プロピルアルコー ル、nーブチルアルコール、isoーブチルアルコー ル、sec-ブチルアルコール、tert-ブチルアル コール、n-ヘキサノール、シクロヘキサノール、2-エチルヘキシルアルコール等の一価アルコール;エチレ ングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレング リコール等の (ポリ) エチレングリコール類 ; プロピレ ングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレ ングリコール等の (ポリ) プロピレングリコール類; 1,6-ヘキサンジオール等の二価アルコール;グリセ リン、トリメチロールプロパン等の三価アルコール等が 挙げられる。

【0057】また、本発明の樹脂組成物には、その他の添加剤として、エポキシ樹脂、ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリウレタン、ポリブタジエン、クロロプレン、ポリエーテル、ポリエステル、ペンタジエン誘導体、SBS(スチレン/ブタジエン/スチレンブロック共重合体)、SBSの水添物、SIS(スチレン/イソプレン/スチレンブロック共重合体)、石油樹脂、キシレン樹脂、ケトン樹脂、フッ素系オリゴマー、シリコーン系オリゴマー、ポリスルフィド系オリゴマー等を配合することができる。

【0058】さらに上記以外の各種の塗料用添加剤、例えば酸化防止剤、紫外線吸収剤、光安定剤、老化防止剤、シランカップリング剤、消泡剤、レベリング剤、帯電防止剤、界面活性剤、保存安定剤、熱重合禁止剤、可塑剤、濡れ性改良剤等を必要に応じて配合することもできる。例えば、酸化防止剤としては、Irganox245、259、565、1010、1035、1076、1081、1098、1222、1330(以上、チバスペシャルティケミカルズ(株)製)等が挙げられ

る。

【0059】紫外線吸収剤としてはベンゾトリアゾール系、トリアジン系の紫外線吸収剤が挙げられ、市販品としては、Tinuvin P、234、320、326、327、328、213、400(以上、チバスペシャルティケミカルズ(株)製)、Sumisorb110、130、140、220、250、300、320、340、350、400(以上、住友化学工業(株)製)等が挙げられる。

【0060】光安定剤としては、Tinuvin 14 4、292、622LD(以上、チバスペシャルティケ ミカルズ(株)製)サノールLS440、LS770 (以上、三共(株)製)、Sumisorb TM-0 61(住友化学工業(株)製)等が挙げられる。

【0061】老化防止剤としてはフェノール系老化防止 剤、アリルアミン系老化防止剤、ケトンアミン系系老化 防止剤等が挙げられ、それらの市販品としてはAnti gene W.S.P.3C.6C.RD-G.FR. AW (以上、住友化学工業 (株) 製) 等が挙げられる。 【0062】シランカップリング剤としては、N-(2-アミノエチル) -3-アミノプロピルメチルジメトキ シシラン、 N-(2-アミノエチル)-3-アミノプ ロピルトリメトキシシラン、アーアミノプロピルトリエ トキシシラン、アーメルカプトプロピルメチルモノメト キシシラン、ァーメルカプトプロピルメチルジメトキシ シラン、ァーメルカプトプロピルトリメトキシシラン、 γ - メルカプトプロピルモノエトキシシラン、 γ - メル カプトプロピルジエトキシシラン、ァーメルカプトプロ ピルトリエトキシシラン、βーメルカプトエチルモノエ トキシシラン、βーメルカプトエチルトリエトキシシラ ン、β-メルカプトエチルトリエトキシシラン、、**ァ**-グリシドキシルプロピルトリメトキシシラン、アーグリ シドキシルプロピルメチルジメトキシシラン、2-(3, 4-エポキシシクロヘキシル) エチルトリメトキ シシラン、アーメタアクリロイルオキシプロピルトリメ トキシシラン等が挙げられる。これらの市販品として は、サイラエースS310、S311、S320、S3 21、S330、S510、S520、S530、S6 10、S620、S710、S810(以上、チッソ (株)製)、SH6020、SZ6023、SZ603 0、SH6040、SH6062、SH6076、SZ 6083、AY43-062 (以上、東レ・ダウコーニ ング・シリコーン (株) 製)、KBM403、KBM5 03 KBM602 KBM603 KBM803 K BE903 (以上、信越シリコーン (株) 製) 等が挙げ

【0063】消泡剤としては、フローレンAC-20 2、AC-300、AC-303、AC-326F、A C-900、AC-1190、AC-2000(以上、 共栄社化学製)を例とするSi原子やF原子を含まない

られる。等が挙げられる。

有機共重合体、フローレンAC-901、AC-950、AC-1140、AO-3、AO-40H(以上、共栄社化学製)、FS1265、SH200、SH5500、SC5540、SC5570、F-1、SD5590(以上、東レ・ダウコーニング・シリコーン(株)製)等のシリコン系消泡剤、メガファックF-142D、F-144D、F-178K、F-179、F-815(以上、大日本インキ化学工業(株)製)等のフッ素原子含有消泡剤等が挙げられる。

【0064】レベリング剤としては、ポリフローNo.7、No.38、No.50E、S、75、No.75、No.75、No.90、No.95、No.300、No.460、ATF、KL-245(以上、共栄社化学(株)製)等が挙げられる。これらの添加剤の使用量は、本発明の組成物の目的を阻害しない範で必要に応じて決めることができる。

【0065】本発明の樹脂組成物中の塩素は、組成物中 0.001重量%以下であり、好ましくは0.0005 重量%以下、さらに好ましくは0.0003重量%以下 である。塩素含有量を低くすることにより、光ディスク 基板面の金属膜の変質が少なくなり、耐湿耐熱性が向上 する。組成物の塩素含有量を0.001重量%以下にす る方法としては、上記成分(A)、(B)、(C)およ びその他添加剤に含まれる塩素が0.001重量%以下 である原材料を用いることでも達成されるが、本発明の 樹脂組成物中の塩素含有量が0.001重量%以下であ れば、一部の原料は塩素含有量が0.001重量%以上 のものを用いても差し支えない。また、本発明の組成物 中の塩素含有量を0.001重量%以下にする方法とし て、(1)原材料または原材料を2種以上混合した中間 体または原材料を全て混合した組成物を純水洗浄する方 法と(2)イオン交換性物質で処理する方法が挙げられ る。

【0066】純水洗浄により塩素を除去する方法としては、①原材料または②原材料を2種以上混合した中間体、③原材料を全て混合した組成物を、純水と良く混合し水中に塩素を溶出させた後、水と分離し乾燥する方法が挙げられる。ここでいう純水とは塩素の濃度が十分低い水のことを意味しており、具体的には蒸留水、イオン交換水、さらにこれらを適当なフィルターで沪過した水等が挙げられる。この際に操作し易いように、予め原材料または組成物に有機溶剤を添加し、純水洗浄後に有機溶剤を蒸留などの方法で除去してもよい。使用される有機溶剤としては原材料または原材料を2種以上混合した中間体、原材料を全て混合した組成物を溶解し易いが水には溶解し難い溶剤、すなわち疎水性有機溶剤が選ばれる。

【0067】具体的例としては、ベンゼン、トルエン、 キシレン等の芳香族炭化水素類、n-ヘキサン、シクロ ヘキサン、n-ペンタン等の脂肪族炭化水素類、ジエチ ルエーテル、イソプロピルエーテル等のエーテル類等が挙げられる。

【0068】イオン交換性物質には、有機物質と無機物質がある。これらのイオン交換性物質で処理する例として「接触」による処理が挙げられる。この方法として具体的には、①原材料または②原材料を2種以上混合した中間体、③原材料を全て混合した組成物(①②③を被処理物と総称する)をイオン交換性物質と混合する方法が挙げられる。通常は混合した後、イオン交換性物質を沈降槽中で自然沈降させる、遠心分離機で強制的に分離する、あるいは適当なフィルターを用いて沪過する等の方法などの方法で取り除くが、貼り合わせたディスクの性能に悪影響を及ぼさなければ取り除かなくてもよい。また、イオン交換性物質を充填したカラムに被処理物を通して連続的に塩素を除去する方法も挙げられる。

【0069】使用されるイオン交換性物質は、樹脂組成 物と相溶しないもの、あるいは容易に分離できるもので あり、好ましくは粒状のものである。有機物質としてイ オン交換樹脂が挙げられ、無機物質としては無機イオン 交換体が挙げられる。イオン交換能を有する無機物質と しては、活性炭、ゼオライト、合成ゼオライト、シリカ ゲル、活性アルミナ、ハイドロタルサイト、ハイドロカ ルマイト、酸性白土、白雲石、水酸化ジルコニウム、水 酸化チタン、水酸化セリウム、水酸化ビスマス、水酸化 マンガン、水酸化リン酸鉛、あるいは、Mg、Zn、C a、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Al、Si等を主 成分とする含水酸化物や各種金属のリン酸塩を主成分と する無機イオン交換体等が挙げられる。ハイドロタルサ イト系化合物としてはDHT-4A、KW-1000、 KW-2000 (以上、協和化学工業(株)製)、ハイ ドロカルマイト系化合物としてはソルカットC(日本化 学工業(株)製)、ビスマス系無機イオン交換体として は、IXE-500、-550、-600、-633、 -680、アルミニウム系無機イオン交換体としては、 IXE-700、702、ジルコニウム系無機イオン交 換体としては、IXE-800、鉛系無機イオン交換体 としては、IXE-1000、カルシウム系無機イオン 交換体としては、IXE-1100、アンチモン系無機 イオン交換体としては、IXE-1320(以上、東亞 合成(株)製)が挙げられる。

【0070】本発明の組成物の粘度は、好ましくは10~1000mPa·s、さらに好ましくは50~500mPa·s、特に好ましくは100~2000mPa·sである。

【0071】また、得られる硬化物のガラス転移温度が通常、-50~200℃、好ましくは-20~150℃、さらに好ましくは0~100℃になるように各成分を配合することが好ましい。ガラス転移温度が低すぎると夏場や日当たりの良い閉め切った室内等で高温になった場合硬化物が軟化して接着力が低下して被着体が剥が

れたりずれたりする場合がある。逆に硬化物がガラス転 移温度が高すぎると十分な接着力が得られなかったり、 接着したものを落下したり曲げたりすると割れる場合が ある。

【0072】なお、ここでいうガラス転移温度は動的粘弾性測定装置により振動周波数10Hzで測定した損失正接($tan\delta$)の極大値を示す温度で定義される。

【0073】本発明の組成物は、通常の光硬化型樹脂組成物の場合と同様に紫外線、可視光線、電子線などの照射により硬化させることができる。例えば、本発明の組成物を接着剤層の厚みが10~100μmになるよう被着体間に満たし、メタルハライドランプで50~2000mJ/cm² 照射することで容易に硬化し被着体どうしを接着することができる。

【0074】また、本発明の組成物の硬化物は透明性に優れることが望ましく、例えば厚さ60μmの硬化物の400~700nmでの光透過率が、通常90%以上になることが望ましい。光透過率が90%未満であると光ディスクの外観が悪化したり、ディスクに記録された情報を読みとるための光が接着剤硬化物層で弱められるため読みとりに障害を生じる場合がある。したがって、本発明の組成物を配合する場合には硬化物の光透過率が上記範囲を満足するように各成分を配合することが望ましい。

【0075】さらに、本発明の組成物の光硬化物の屈折率は25℃で通常1.51~1.70の範囲内になるよう各成分を配合することが望ましい。この範囲外であるとディスクに記録された情報を読みとるときに障害を生じる場合がある。

【0076】本発明の組成物はポリカーボネート(PC)やポリメタクリル酸メチル(PMMA)等のプラスチック、金やアルミニウム等の金属、ガラス等の無機化合物等に良好な接着力を有し光ディスクの貼り合わせ用接着剤として好適である。

【0077】本発明の樹脂組成物は、2板の基板を貼り合せてなる情報記録用ディスクの接着剤として有用であり、特に樹脂基板上に金属薄膜層が施された光反射層からなる情報記録層を、他の基材と接着する場合に有用である。他の基材は、樹脂基板上に金属薄膜層が施された光反射層からなる情報記録層であってもよいが、情報記録層でなくてもよい。ここで、情報記録用ディスクとては、DVD、DVD-R、DVD-ROM等が挙げられる。本発明の組成物中の塩素含有量が0.001重量%を超えると、外部環境からディスク内部の硬化した接着剤層または硬化した接着剤と金属薄膜界面に侵入した水分の作用により、情報記録層における金属薄膜の腐食や劣化が著しくなる。

【0078】以上詳述した本発明の組成物の好ましい態 様を以下に記する。

1. 成分(A)のウレタン(メタ)アクリレートの数平

均分子量が600~10000である組成物。

- 2. 成分(A)と成分(B)と成分(C)の合計重量を 100重量部として、成分(A)が5~70重量部含ま れる組成物。
- 3. 成分(A)と成分(B)と成分(C)の合計重量を 100重量部として、成分(B)が30~90重量部含 まれる組成物。
- 4. 成分(A)と成分(B)と成分(C)の合計重量を 100重量部として、成分(C)が1~10重量部含ま れる組成物。
- 5. 組成物中の塩素含有量が0.0005重量%以下で ある組成物。
- 6.25℃での粘度が100~2000mPa·sである組成物。
- 7.組成物に紫外線を照射して得られる硬化物のガラス 転移温度が0~100℃である組成物。
- 8. 組成物に紫外線を照射して得られる硬化物の25℃における屈折率が1. 51~1. 70である組成物。 【0079】

【実施例】以下に本発明に関して実施例を挙げて説明するが、本発明はこれら実施例により何ら制限されるものではない。

[(A)成分であるウレタンアクリレートの合成] 【0080】合成例1

攪拌機機、温度計を備えた1リットルのセパラブルフラスコに、イソホロンジイソシアネート130.3g、3,5ージーセーブチルー4ーヒドロキシトルエンを0.3g、ジラウリル酸ジーnーブチルスズ1.3gを仕込み攪拌し、乾燥空気雰囲気下で冷水浴で10℃に冷却した後、内容物が10~35℃に保たれるよう2ーヒドロキシエチルアクリレート109gを1時間かけて少量づつ添加し反応させた。その後、水酸基価54.9mg KOH/gのポリテトラメチレングリコールを600g添加し、50~70℃で5時間攪拌を継続し反応させた。その後、反応物を取り出し数平均分子量が2710のウレタンアクリレート(A1)を得た。

【0081】上記ウレタンアクリレート(A1)200 gをトルエン400gに溶解した後、イオン交換水1000gを加えてよく攪拌し、次いで静置して水層と有機層を分離した。水層を除去した後、新たにイオン交換水1000gを加えて同様に攪拌、分離、水層の除去を行った。この洗浄操作を行った有機層をロータリーエバボレーターにてトルエンと水を除去して精製ウレタンアクリレート(A2)を得た。

【0082】合成例2

攪拌機機、温度計を備えた1リットルのセパラブルフラスコに、1,3ービス(イソシアナトメチル)シクロへキサン(商品名:タケネート600、武田薬品工業(株)製)175.8g、3,5ージーセーブチルー4ーヒドロキシトルエンを0.3g、水酸基価224mg

KOH/gのボリカーボネートジオール(商品名:プラクセルCD205、ダイセル化学工業(株)製)505.6gを仕込み攪拌し、乾燥空気雰囲気下で冷水浴で10℃に冷却した後、ジラウリル酸ジーnーブチルスズ1.3gを添加し内容物が10~35℃に保たれるように冷水浴で冷却しながら1時間攪拌した。次いで、2-ヒドロキシエチルアクリレート117.2gを添加し50~70℃で5時間攪拌を継続し反応させた。その後、反応物を取り出し数平均分子量が1130のウレタンアクリレート(A3)を得た。

【0083】上記ウレタンアクリレート(A3)を合成例1の場合と同様にしてイオン交換水にて洗浄して精製

ウレタンアクリレート(A4)を得た。

【0084】実施例および比較例

<光硬化型樹脂組成物の調製>撹拌機を備えた反応容器に、表1に示す組成の各成分を加えた後、撹拌混合して、実施例1~5および比較例1~4の樹脂組成物を調製した。実施例1、実施例3の組成物は組成の各成分を 授拌混合した後、直径5cmのガラス管に顆粒状ビスマス系無機イオン交換体であるIXE-500G(東亞合成(株)製)を50cm充填し50℃に保温したカラムに通液して塩化物イオンを除去した(以後、この塩化物イオン除去処理をカラム処理と称する)。

【0085】表1における各成分は以下の通りである。

- (B)成分
- B1 フェノキシエチルアクリレート
- B2 1,6-ヘキサンジオールジアクリレート
- B3 ラウリルアクリレート
- B4 2-ヒドロキシー3-フェニルオキシプロピルアクリレート
- B5 アクリロイルモルホリン
- B6 テトラヒドロフルフリルアクリレート
- (C)成分
- C1 1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン
- C2 2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-モルホリノー プロパン-1-オン
- C3 オリゴ [2-ヒドロキシ-2-メチル-1-[4-(1-メチルビニル)フェニル] プロパン-1-オン] (商品名: Esacure KIP150、Lambert i社製)
- C4 2.2-ジメトキシー1,2-ジフェニルエタンー1-オン
- (D) 成分(その他成分)
- D1 塩化ナトリウム

【0086】上記のようにして調製された組成物(実施例1~5および比較例1~4)中の塩素含有量は以下の方法で測定した。表1に示す各組成物を4g、イオン交換水80gをテフロン製容器中に密封した後、プレッシャークッカー中で120℃で24時間加熱し加水分解性塩素を加水分解し塩化物イオンにした後、イオン交換水中に溶解した塩化物イオンをDIONEX社製、DIONEX 2010iを用いてイオンクロマトグラフィー法により定量した。分離カラムはIon Pac AS12Aを用い、溶離液はNa₂CO₃(0.0027mo1/リットル)、NaHCO₃(0.0003mo1/リットル)、混合水溶液を流量1.1ミリリットル/分で用いた。

【0087】次に上記のようにして調製された各実施例および各比較例の組成物について、組成物の粘度、組成物の硬化物の屈折率とガラス転移温度、組成物を用いて接着したディスクの耐湿・耐熱性を以下のようにして評価した。

①粘度

(株)東京計器製、B形粘度計、形式BM、ローターNo.2を用いて25℃における粘度を測定した。

②屈折率

アプリケーターバーを用いて平坦なガラス板上に組成物を塗布し、メタルハライドランプを光源とするアイグラフィックス(株)製コンベア式紫外線照射装置を用いて光量1J/cm²の紫外線を照射して組成物を硬化させた後、ガラス板から硬化物を剥ぎ取り膜厚0.2mmの硬化フィルムを得た。該硬化フィルムの屈折率を(株)アタゴ製アッベ屈折計を用いて25℃にて測定した。

③ガラス転移温度

②と同様の操作で作製した硬化フィルムを(株)オリエンテック製強制共振振動型動的粘弾性測定装置を用いて測定した。振動周波数を10Hzとしたときの損失正接(tanδ)が極大となる温度をガラス転移温度とした。

②ディスクの耐湿・耐熱性

厚さ、0.6mmのポリカーボネート基板と該基板の片側にスパッタリング法によりアルミニウムを約200オングストロームの厚さに蒸着した基板を用意し、後者であるアルミニウムを蒸着した基板のアルミニウム側に前記組成物を滴下した後、前者であるポリカーボネート基板を重ね、スピンコーターにて回転させ前記組成物を両

基板の間に浸透させた。その後、前者であるポリカーボネート基板を通して、光量300m J / c m² の光を照射して前記組成物を硬化させた。このようにして得られた、貼り合わせ基板を温度80℃、相対湿度95% R H の恒温恒湿槽に200時間放置した後、外観を目視および顕微鏡にて観察した。全面腐食、孔食、粒界腐食、腐

食割れ等のアルミニウム上での腐食が見られなかった組成物の耐湿・耐熱性を〇、腐食が見られた組成物の耐湿・耐熱性を×とした。

【0088】上記の評価を行った結果を表1に示す。 【0089】

【表1】

成 分	実 施 例			比 較 例					
	l	2	3	4	5	1	2	3	4
A 1	40					40			
A 2	.	40							
A 3			50				50		
A 4				50	50			50	50
B 1	15	15				15			
B 2	30	30				30	,		
B 3	10	10				10			
B 4		i	15	15	15		15	15	15
B 5			10	10	10		10	10	10
B 6			20	20	20		20	20	20
C 1	3	3				3			
C 2	2	2				2			
C 3			3	3	3		3	3	3
C 4			2	2	2		2	2	2
D 1 (10 ⁻⁴)					5			10	15
カラム処理	実 施	なし	実 施	なし	なし	なし	なし	なし	なし
粘度 (mPa·s)	400	400	1500	1500	1500	400	1500	1500	1500
塩素含有量 (10 ⁻¹ 重量%)	0.6	1.3	0.7	5. 4	9. 1	12.6	20.4	11.8	14. 2
屈折率 (n p ^{2 5})	1.51	1.51	1.52	1.52	1.52	1.51	1.52	1.52	1.52
Tg (°C)	45	45	63	63	63	45	63	63	63
耐湿・耐熱性	0	0	0	0	0	×	×	×	х

【0090】本発明の(A)、(B)、(C)各成分からなる実施例、比較例の樹脂組成物は、25℃での粘度が400~1500mP・sであり、また組成物紫外線を照射して得られる硬化物のガラス転移温度が45~63℃、該硬化物の25℃における屈折率が1.51~1.52であり、いずれも情報記録ディスク用接着剤として一定の基準を満たすものであった。しかし、貼り合わせディスク中のアルミニウムの腐食性をみる耐湿熱性

の評価では、塩素含有量が0.001重量%以下の実施 例の組成物では腐食が見られず合格であったが、塩素含 有量が0.001重量%を超えた比較例の組成物ではア ルミニウム面に腐食が観察され不合格であった。

[0091]

【発明の効果】本発明の光硬化型樹脂組成物は特定の組成物からなり組成物中の塩素含有量が0.001重量%以下であることを特徴とする。本発明の光硬化型樹脂組

5D029 RA30

成物を接着剤として用いて製造された光ディスクは優れ
た耐熱性と耐湿性を有する。

フロン	トペー	ジの)続き	•
-----	-----	----	-----	---

フロントページの続き							
(72)発明者	竹端 雄一 東京都中央区築地二丁目11番24号 エスアール株式会社内	ジェイ	Fターム(参考)	4J011 ACO4 BAO3 QAO3 QAO8 QAO9 QA13 QA19 QA23 QA24 QA25 QA32 QA34 QA35 QA37 QA38			
(72)発明者	高瀬 英明 東京都中央区築地二丁目11番24号 エスアール株式会社内	ジェイ		QA39 QA45 QB13 QB16 QB20 QB24 SA04 SA06 SA22 SA25 SA26 SA27 SA34 SA54 SA56 SA62 SA63 SA64 SA72 SA75			
(72)発明者	宇加地 孝志 東京都中央区築地二丁目11番24号 エスアール株式会社内	ジェイ		SA62 SA63 SA64 SA72 SA75 SA78 SA82 SA83 SA84 UAO1 UAO3 UAO6 VAO1 WAO6 4JO27 ABO2 ABO6 ABO7 ABO8 AB10 AB15 AB16 AB17 AB18 AB19 AB28 ACO3 ACO4 ACO6 AEO2 AGO3 AGO4 AGO9 AG12 AG13 AG14 AG15 AG23 AG24 AG27 AJ08 AJ09 BAO2 BAO3 BAO4 BAO5 BAO7 BAO8 BA10 BA11 BA12 BA13 BA15 BA18 BA19 BA20 BA21 BA23 BA24 BA26 BA27 CAO2 CAO6 CAO7 CAO8 CAO9 CA10 CB10 CCO4 CCO5 CCO6 CD05 CD09 4JO40 FA141 FA142 FA151 FA152 FA161 FA162 FA261 FA262 FA281 FA282 FA291 FA292 HB19 HD19 JB08 KA13 LAO1			
				LA07 LA08 NA21 QA01			